

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-041806

(43)Date of publication of application : 10.02.1995

(51)Int.Cl.

B22F 3/24

C22F 1/18

(21)Application number : 05-190614

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 30.07.1993

(72)Inventor : YAMAZAKI TATSUO
HORITANI TAKAO

(54) SURFACE TREATMENT OF SINTERED TITANIUM ALLOY

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an inexpensive surface treating method in which, in a sintered titanium alloy product subjected to densifying treatment by a HIP method, residual surface layer voids are perfectly removed away without generating new defects such as cracks and to show excellent fatigue properties characteristic of the titanium alloy.

CONSTITUTION: At the time of modifying the surface of a sintered titanium alloy, the sintered titanium alloy is subjected to HIP treatment, is thereafter subjected to first shot peening treatment to grind surface layer voids of the product and is furthermore subjected to secondary shot peening treatment to flatten the surface layer of the product. By the shot peening treatments twice in all, the surface treatment for the sintered titanium alloy is executed.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The surface treatment approach of the sintering titanium alloy characterized by performing two shot-peening processings in the approach of reforming the front face of a sintering titanium alloy after performing HIP processing for a sintering titanium alloy.

[Claim 2] In shot-peening processing according to claim 1 the 1st processing with mean particle diameter in the magnitude of 0.5mm or more and 1.2mm or less And the shot blasting material of a shot configuration with the hardness beyond the value which added 200 with Vickers hardness to the hardness of the titanium alloy which is a workpiece is used. in addition -- It is a projection rate 60 m/s It is 100 m/s above. It considers as the following and is the amount of projection 2000 kg/m² The surface treatment approach of the sintering titanium alloy characterized by considering as the above.

[Claim 3] In shot-peening processing according to claim 1 the 2nd processing with mean particle diameter in the magnitude of 0.2mm or more and 0.6mm or less And more than the hardness of the titanium alloy which is a workpiece, and globular form shot blasting material with the hardness below the value which added 300 with VIKASU hardness to the titanium alloy are used. in addition -- It is a projection rate 30 m/s It is 60 m/s above. It considers as the following and is the amount of projection 1000 kg/m² The surface treatment approach of the sintering titanium alloy characterized by considering as the above.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]**

[Industrial Application] This invention relates to the surface treatment approach of a sintering titanium alloy. It is related with the surface treatment approach of the sintering titanium alloy by the shot-peening method in more detail.

[0002]

[Description of the Prior Art] Titanium and a titanium alloy have high specific strength, and toughness, corrosion resistance, thermal resistance, etc. are the outstanding ingredients. However, a titanium alloy has a difficulty in the dissolution, workability, cutting ability, etc., and expensive rank-ization does not escape it. Therefore, examination of low-pricing by the so-called NIANETTO mold (Near Net Shape) processing technique is tried variously, among those there is powder-metallurgy processing as one of the leading techniques. The prime powder mixing method which carries out compacting of what mixed the powder of a predetermined alloy content for raw material powder to pure titanium powder, sinters it under a vacuum or an inert atmosphere as powder-metallurgy processing of a titanium alloy, and performs eburnation and alloying to coincidence is typical. It is clear that the ingredient from which the ingredient manufactured with this prime powder mixing method had 95% or more of relative density, HIP processing (hydrostatic molding between heat) was performed to this, and the internal hole was removed has the quality of the material which has tractive characteristics almost equivalent to the titanium alloy of the same component manufactured by the usual dissolution rolling-out method, a destructive property, and a fatigue property.

[0003] By the way, that the light weight and specific strength of machine operation components are high is the field which was required and was fit for application of titanium-alloy material. With such operation components, it is required for a fatigue property to be excellent. However, with the sintering titanium alloy manufactured with the above-mentioned prime powder mixing method, the opening connected with the exterior is after sintering, and since this is unremovable in HIP processing, into the surface part of the product after HIP, an opening remains by about 200-micrometer Fukashi. The residual defect of this surface tends to serve as a generating point of a fatigue crack, and reduces the fatigue property of a product very much. Therefore, in order to apply to the member which thinks fatigue strength as important, it is indispensable to remove or defang the opening near the front face. If a cost cut takes into consideration that it is the process which is the description, as for powder-metallurgy processing, it is still more desirable for removal of a surface defect or the approach of defanging to be also cheap.

[0004] Machine cutting of the product surface section can be first considered to the 1st as the approach of removal of a surface residual opening. Since the sintering titanium alloy characterized by Near Net Shape processing needs to carry out cutting of an expensive machine and a complicated process being needed for machining, and becoming a great cost burden, since it has a complicated three-dimension configuration in many cases, and the whole product surface, in addition to this, it cannot say the titanium alloy itself with a desirable surface treatment method by the reasons that cutting takes great time amount, nil why machine cutting is difficult, etc. Next, although the acid-washing processing which is usually the removal approach of the surface scale of ingot material is mentioned, with the ingredient which includes an open opening in a surface, acid-washing liquid condenses in an opening and it results in an opening being melted alternatively and promoting an

opening. Moreover, there are also problems, such as processing of acid-washing liquid.

[0005] On the other hand, the shot-peening method is in one of the techniques of surface treatment. It is the approach of this shot-peening method making hard particles, such as a shot, collide with a workpiece front face, deforming plastically near the surface minutely, giving compressive residual stress and work hardening, and raising a fatigue life, and a running cost is cheap and is the technique in which uniform processing is possible in some amelioration also to a complicated configuration. Performing shot-peening processing conventionally, in order to raise the fatigue life of spring material or a wire rod is performed, and it is used in titanium-alloy material as last surface finish-machining processing of the particular application material of aircraft components.

[0006] However, application of the shot-peening processing to powder metallurgy material has seldom spread conventionally. When shot-peening processing which used the conventional shot for the ingredient which includes an opening inside a product is performed, only the depth 50-100 micrometers near the surface carries out the compression set of this, and it is work hardened, and an opening still remains under a compression hardening layer. Since there are the opening crushed also inside the compression layer remaining as a notching-like defect and processing which generates stress with shot-peening processing local on a product front face. When an opening is directly under the front face where shot blasting material hit, the shot-peening processing to powder metallurgy material reduces fatigue strength for the reasons of a crack occurring from an opening in many cases. the fatigue strength of a titanium alloy -- a front face -- it is greatly influenced by description and it is thought that the residual of such a surface defect is not especially desirable.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] In the sintering titanium-alloy product which performed eburnation processing by the HIP method, this invention offers the cheap surface-preparation approach of removing completely the surface opening which remains without generating new defects, such as a crack, and aims at demonstrating the outstanding fatigue property of a titanium alloy which it originally has.

[0008]

[Means for Solving the Problem] In the approach this invention for attaining the above-mentioned purpose reforms the front face of (1) sintering titanium alloy. In the approach which is characterized by performing two shot-peening processings, and reforms the front face of (2) sintering titanium alloy after performing HIP processing for a sintering titanium alloy. In shot-peening processing given in the above (1) the 1st processing with mean particle diameter in the magnitude of 0.5mm or more and 1.2mm or less. And the shot blasting material of a shot configuration with the hardness beyond the value which added 200 with Vickers hardness to the hardness of the titanium alloy which is a workpiece is used. in addition -- It is 60m/s about a projection rate. It is 100m/s above. It considers as the following and is the amount of projection 2000 kg/m². In the approach which is characterized by being above and reforms the front face of (3) sintering titanium alloy. In shot-peening processing given in the above (1) the 2nd processing with mean particle diameter in the magnitude of 0.2mm or more and 0.6mm or less. And more than the hardness of the titanium alloy which is a workpiece, and globular form shot blasting material with the hardness below the value which added 300 with Vickers hardness to the titanium alloy are used. in addition -- It is a projection rate 30 m/s. It is 60m/s above. It considers as the following and is the amount of projection 1000 kg/m². It is characterized by being above.

[0009] this invention -- setting -- a sintering titanium alloy -- Ti -- aluminum, V, Mo, Cr, Sn, Zr, Fe, alloy contents other than these, and less than 0.7% of the weight of the impurity of Fe, O, C, N, and H -- containing -- in addition -- and it is the titanium alloy manufactured by powder-metallurgy processing which has 95% or more of relative density, for example, Ti-6aluminum-4V alloy and alloys, such as a Ti-15V-3Cr-3Sn-3aluminum alloy, are mentioned.

[0010]

[Function] Hereafter, this invention is explained to a detail. As opposed to the sintering titanium alloy which performed HIP processing as a result of this invention person's etc. repeating research about manufacture of a sintering titanium alloy, and use Grinding of a product surface part or shot-peening processing on the conditions aiming at wear is performed first. Flattening of the product front face which removed the opening included by about 200 micrometers from the product front face, and was damaged by the 1st shot-peening processing after that is carried out. In addition, and by performing 2nd

shot-peening processing on the conditions aiming at raising a fatigue life by making addition and work hardening of the compressive residual stress to a front face cause etc. Without generating the defect of a crack, the compressed opening, the internal opening near the surface was removed and it found out that the fatigue property of a product might be improved. This invention is made based on these new knowledge.

[0011] In this invention, the reason for performing two above-mentioned shot-peening processings to a sintering titanium alloy is as follows. Since this opening causes [of defects, such as a crack,] generating in the conventional shot-peening processing including an opening in the range of 200 micrometers under a surface as the conventional technique described, the sintering titanium alloy which performed HIP processing to the 1st needs to remove this first. For this reason, shot-peening processing aiming at the grinding of the surface part of a product is performed first, and the opening of a surface part is removed. A surface part is damaged by shot blasting material, very big irregularity remains, this irregularity also tends to serve as an origin of fatigue breaking, and the exterior of a product of the product front face which performed grinding shot-peening processing to the 2nd is not in a desirable condition, either. Moreover, residual-stress addition, surface work hardening, etc. which are the effectiveness of shot-peening processing original are hardly generated. this -- it should compensate -- the 2nd shot-peening processing -- a front face -- flattening -- carrying out -- surface roughness -- good -- carrying out -- in addition -- and residual stress is given and a fatigue property is raised.

[0012] this invention person considered various relation of the property of the 1st time and the 2nd shot blasting material and shot-peening conditions, surface roughness, the amount of grinding, and fatigue strength, and got the following conclusions. First, in the 1st shot-peening processing made into the grinding purpose of this invention, the configuration of shot blasting material has the desirable thing of the high shot configuration of the grinding effectiveness. Setting mean particle diameter of shot blasting material to 0.5mm or more and 1.2mm or less In the shot blasting material with which mean particle diameter does not fill 0.5mm In the shot blasting material by which the grinding range of per [shot blasting material] is small, and is because the grinding effectiveness per time amount is not enough, and mean particle diameter exceeds 1.2mm The irregularity of the front face after grinding is intense, and it is because it is processing practical because the burden to equipment is large neither in that the improvement of granularity becomes very difficult in the shot-peening processing for flattening which is the 2nd time, nor the projection device usually used. Hardness of shot blasting material was carried out to beyond the value that added 200 to the hardness of a workpiece with Vickers hardness because the effectiveness of surface grinding was weak or effectiveness did not arise in the hardness with which this is not filled.

[0013] The projection rates of shot blasting material are 60 m/s. It is 100 m/s above. Considering as the following is desirable. 60 m/s The effectiveness of grinding is not enough at a late projection rate, and it is 100 m/s. Even if the irregularity of the front face after shot-peening processing becomes very intense at a quick rate and it performs 2nd shot-peening processing, it is because it becomes impossible to recover the granularity on the front face of a product. The amount of projection of shot blasting material is 2000 kg/m². It considers as the above. For this, the amount of projection of shot blasting material is 2000 kg/m². It is because the amount of grinding does not reach 200 micrometers, but an opening remains under a surface and recovery of fatigue strength cannot be performed, when not filling.

[0014] Subsequently, in the 2nd shot-peening processing aiming at surface flattening of this invention, and residual-stress grant, the globular form thing of shot blasting material is desirable. The reason for setting particle size of shot blasting material to 0.2mm or more and 0.6mm or less is for the magnitude of an indentation becoming a thing beyond the need and worsening surface roughness conversely, when irregularity on the front face of a product cannot fully be recovered and particle size exceeds 0.6mm, in order that work hardening may progress before a front face carries out flattening when particle size does not fulfill 0.2mm. In the case of the hardness with which having carried out hardness of shot blasting material to more than the hardness of a titanium alloy does not fill the degree of hardness of a workpiece, it is because the effectiveness of shot peening called residual-stress grant does not show up, and the upper limit was made into the value which added 300 with Vickers hardness to the workpiece, because the effectiveness which carries out grinding of the surface became high in the hardness exceeding this. It is the projection rate of shot blasting material 30 m/s It is 60 m/s above. It is 30 m/s which was considered as the following. At the projection rate of the following, the kinetic

energy given at the time of projection of shot blasting material is small, and sufficient plastic deformation for a product front face cannot be given, but it is 60 m/s. It is for the energy of shot blasting material being too large, giving defects, such as a crack, to a product surface at the projection rate which exceeds, and reducing fatigue strength conversely. It is the amount of projection of shot blasting material 1000 kg/m² It is 1000 kg/m² which was considered as the above. When not filling, the probability for shot blasting material to hit on the surface of [whole] a product is low, and it is because uniform shot processing cannot be performed.

[0015]

[Example] Based on the case where this invention is applied to a sintering titanium alloy, the contents of this invention are explained in more detail. After performing HIP processing, compacting of the mixed powder adjusted so that an alloy content might be set to Ti-6aluminum-4V was carried out so that a parallel part might become the fatigue test specimen of the path of 10mmphi, this powder-molding object was performed at degree of vacuum 10-4Torr and 1250 degrees C, and HIP processing was performed on condition that 900 degrees C and 100MPa after sintering processing. About the test piece which performed shot-peening processing on various conditions, the surface amount of grinding, and measurement and the fatigue test of surface roughness were performed. The degrees of hardness of a test piece are 350Hv(s), and fatigue test conditions are room temperatures among axial tension, a stress ratio -1, f= 20Hz, and atmospheric air. These test results are shown in Table 1 and 2.

[0016] Table 1 is the test result which changed the 1st shot-peening processing conditions aimed at obtaining grinding. All over Table 1, the globular form shot to which particle size of shot blasting material was set to 0.5mmphi, and they set the degree of hardness to 450Hv(s) is used for the shot-peening conditions aiming at flattening of the 2nd front face, and they are projection rate 40 m/s and amount of projection 1500 kg/m². They are the conditions of the range of this invention set constant.

[0017]

[Table 1]

焼結チタン合金におけるショットピーニング試験結果

試験 番号	ショットピーニング処理条件										表面粗さ Ra (μm)	疲労限 (MPa)	備考	
	1 回 目					2 回 目								
	形状	硬度 (Hv)	粒径 (mm)	投射 速度 (m/s)	投射量 (kg/m^2)	形状	硬度 (Hv)	粒径 (mm)	投射 速度 (m/s)	投射量 (kg/m^2)				
1	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8.0	140	従来法	ショットピーニング 無
2	球 形	600	0.6	70	2500	—	—	—	—	—	2.0	150	従来法	従来法ショットピーニング
3	グリット	700	0.7	70	2500	球形	450	0.5	40	1500	2.5	300	実施例	
4	グリット	560	0.7	70	2500			同	上		2.4	310	実施例	
5	グリット	700	0.6	70	2500			同	上		2.3	315	実施例	
6	グリット	700	0.7	55	2500			同	上		2.7	320	実施例	
7	グリット	700	0.7	90	2500			同	上		2.5	290	実施例	
8	グリット	450	0.7	70	4000			同	上		2.8	160	比較例	研削材硬度 過小
9	グリット	700	0.3	70	4000			同	上		2.2	170	比較例	研削材粒径 過小
10	グリット	700	0.7	40	2500			同	上		2.6	165	比較例	投射速度 過小
11	グリット	700	0.7	120	2500			同	上		5.2	220	比較例	投射速度 過大
12	グリット	700	0.7	70	1000			同	上		2.5	170	比較例	投射量 過少

[0018] A test number 1 is equivalent to a conventional method by the case where a fatigue test is performed after HIP processing. surface roughness -- $R_a=8.0\mu\text{m}$ -- a fatigue limit -- 140MPa(s) it is. For a test number 2, fatigue limits are 150MPa(s) because of generating although surface roughness is improved by $R_a=2.0\mu\text{m}$ and the surface state, after the residual of the opening under a surface, the crack of the surface section, and an opening collapse in the case where the conventional shot-peening processing is performed. It goes up only to extent.

[0019] Test numbers 3, 4, 5, 6, and 7 are the examples of this invention in the case where the conditions of the 1st shot-peening processing are changed by the generic claim of this invention. although surface roughness and fatigue strength have some difference according to conditions -- the

fatigue strength of a conventional method -- 150MPa(s) it is -- a thing -- receiving -- about 300 MPa (s) It is going up twice. This is the result of making a surface defect completely in the shot-peening processing aimed at obtaining grinding, and fully demonstrating the effectiveness of flattening and surface work hardening further.

[0020] Fatigue strength is 160MPa(s), although surface roughness is as good as 2.8 micrometers as the test number 8 which is the example of a comparison of this invention shows to Table 1 on the other hand. It is almost changeless with the conventional material. Since this reason is less than 550-Hv 400Hv(s) which are the degrees of hardness +200 of processed material Ti-6aluminum-4V of the lower limit of the shot blasting material degree of hardness of the range of this invention, its grinding is not enough and it is because the surface opening remained. Since a test number 9 did not fill 0.5mm which is the minimum of the mean particle diameter of the shot blasting material of the generic claim of this invention, the surface opening remained and fatigue strength brought a falling result. Test numbers 10 are 60 m/s which is the lower limits of the projection rate of the generic claim of this invention. They are 2000 kg/m² whose test numbers 11 it is the following and are the lower limits of the amount of projection of the generic claim of this invention. Since it is the following, the amount of grinding is not enough, a surface opening remains, and a result to which fatigue strength falls has been brought.

[0021]

[Table 2]

焼結チタン合金におけるショットピーニング試験結果

試験 番号	ショットピーニング処理条件											備考	疲労限	表面粗さ R a (μm)	疲労限 (MPa)	
	1 回 目					2 回 目										
	形状	硬度 (Hv)	粒径 (mm)	投射 速度 (m/s)	投射量 (kg/m^2)	形状	硬度 (Hv)	粒径 (mm)	投射 速度 (m/s)	投射量 (kg/m^2)						
13	グリット	650	0.8	65	3000	—	—	—	—	—	8.2	210	比較例	表面平坦化処理無		
14		同	上			球形	550	0.4	35	1200	2.3	320	実施例			
15		同	上			球形	350	0.6	55	2000	2.4	310	実施例			
16		同	上			球形	200	0.5	40	1500	6.5	220	比較例	研掃材硬度 小		
17		同	上			球形	700	0.5	40	1500	6.9	230	比較例	研掃材硬度 大		
18		同	上			球形	400	0.1	40	1500	6.7	225	比較例	研掃材粒径 小		
19		同	上			球形	400	0.8	40	1500	8.5	190	比較例	研掃材粒径 大		
20		同	上			球形	400	0.5	20	1500	5.4	210	比較例	投射速度 遅い		
21		同	上			球形	400	0.5	70	1500	5.7	230	比較例	投射速度 遅い		
22		同	上			球形	400	0.5	40	500	6.7	240	比較例	投射量 少		

[0022] Table 2 is the test result which changed the 2nd shot-peening processing aiming at surface flattening. The shot blasting material of the shot configuration where set particle size to 0.8mmphi and they set the degree of hardness to 650Hv(s) is used for the shot-peening conditions aiming at the grinding of the 1st surface, and they are 65m/s in projection rate, and amount of projection 3000 kg/m². It is the processing in the generic claim of this invention set constant. The test numbers 14 and 15 in Table 2 are equivalent to the example of this invention in the case aimed at flattening by the generic claim of this invention where the conditions of the 2nd shot-peening processing are changed, after performing shot-peening processing aimed at obtaining surface grinding. This example is enough as the effectiveness of the 2nd shot-peening processing, a front face carries out flattening, surface roughness

is set to 2.3 micrometers, and fatigue strength is 300MPa(s). Compared with a conventional method, it improves more than twice [about].

[0023] A test number 13 is the trial which omitted shot-peening processing aiming at the 2nd flattening. in this case, the effectiveness which removed the opening near the surface -- fatigue strength -- as [HIP processing] -- 140MPa(s) of material from -- 200MPa(s) up to -- although it is going up, surface roughness is almost equivalent to material as [8.2 micrometer and HIP processing], and it is less than the property of the ingredient which carried out 2nd shot-peening processing. Test numbers 16-22 are the examples of a comparison of this invention. A test number 16 runs short of the degrees of hardness of shot blasting material, and a test number 18 has a small particle size of shot blasting material, and has brought a result to which the effectiveness of the 2nd shot-peening processing by each reason by lack of a projection rate and a test number 22 having the inadequate amount of projection becomes inadequate [a test number 20], surface roughness is not improved with 5.7-6.9 micrometers, and fatigue strength does not rise. The cause of making a surface generating a crack etc. or the effectiveness which carries out grinding of the surface becomes high and damages a front face, since the test number 17 used the shot blasting material more than the degree of hardness of the generic claim of this invention, and since the effectiveness of sufficient shot peening is not acquired, fatigue strength has resulted in not going up to the example of this invention. Moreover, a test number 19 has a too large shot blasting material particle size, and since a test number 21 has the too quick projection rate, the shot-peening processing which is the 2nd time aimed at obtaining flattening damages a front face, and becomes the cause of making a surface generating a crack, and it has brought a result to which fatigue strength is reduced.

[0024]

[Effect of the Invention] The surface opening which remains without generating new defects, such as a crack, by the cheap surface treatment approach in a sintering titanium-alloy product by applying this invention as explained above can be removed completely, and the outstanding fatigue property of a titanium alloy which it originally has can be demonstrated.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-41806

(43)公開日 平成7年(1995)2月10日

(51)Int.Cl. ⁹	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 3/24		F		
C 2 2 F 1/18		H		

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平5-190614

(22)出願日 平成5年(1993)7月30日

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72)発明者 山崎 達夫

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式
会社技術開発本部内

(72)発明者 堀谷 貴雄

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式
会社技術開発本部内

(74)代理人 弁理士 田村 弘明 (外1名)

(54)【発明の名称】 焼結チタン合金の表面処理方法

(57)【要約】

【目的】 本発明は、H I P法により緻密化処理を行った焼結チタン合金製品において、クラックなどの新たな欠陥を発生させることなく、残留する表層空隙を完全に除去する安価な表面処理方法を提供し、チタン合金の本来有する優れた疲労特性を発揮させる。

【構成】 焼結チタン合金の表面を改質するにあたり、焼結チタン合金にH I P処理を施した後に、1回目のショットピーニング処理により製品の表層空隙を研削除去し、さらに2回目のショットピーニング処理により製品の表層を平坦化する、都合2回のショットピーニング処理を施すことを特徴とする焼結チタン合金の表面処理方法。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 焼結チタン合金の表面を改質する方法において、焼結チタン合金をHIP処理を施した後に、2回のショットピーニング処理を施すことを特徴とする焼結チタン合金の表面改質方法。

【請求項 2】 請求項 1 に記載のショットピーニング処理において、1回目の処理が平均粒径で0.5mm以上、1.2mm以下の大きさで、なおかつ被加工物であるチタン合金の硬さに対しヴィッカーズ硬さで200を加えた値以上の硬さを持つグリット形状の研掃材を使用し、投射速度を60m/s以上、100m/s以下とし、投射量を2000kg/m²以上とすることを特徴とする焼結チタン合金の表面改質方法。

【請求項 3】 請求項 1 に記載のショットピーニング処理において、2回目の処理が平均粒径で0.2mm以上、0.6mm以下の大きさで、なおかつ被加工物であるチタン合金の硬さ以上、かつチタン合金に対しヴィッカーズ硬さで300を加えた値以下の硬さを持つ球形の研掃材を使用し、投射速度を30m/s以上、60m/s以下とし、投射量を1000kg/m²以上とすることを特徴とする焼結チタン合金の表面改質方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は焼結チタン合金の表面改質方法に関する。さらに詳しくはショットピーニング法による焼結チタン合金の表面改質方法に関する。

【0002】

【従来の技術】チタンおよびチタン合金は比強度が高く、また靱性、耐蝕性、耐熱性などの優れた材料である。しかしチタン合金は溶解や加工性、切削性などに難点があり、高価格化が免れない。そのためにいわゆるニアネット型 (Near Net Shape) 加工技術による低価格化の検討が種々試みられており、そのうち有力な技術の一つとして、粉末冶金法がある。チタン合金の粉末冶金法としては、原料粉末を純チタン粉末に所定の合金成分の粉末を混合したものを、圧粉成形し、真空もしくは不活性雰囲気下で焼結し、緻密化と合金化を同時に行う素粉末混合法が代表的なものである。かかる素粉末混合法により製造した材料は95%以上の相対密度を持ち、これにHIP処理 (熱間静水圧成形) を施して、内部空孔を除去した材料は、通常の溶解圧延法で製造した同じ成分のチタン合金とほぼ同等の引張特性、破壊特性、疲労特性を有する材質を持つことが明らかになっている。

【0003】ところで、機械稼働部品は軽量、比強度の高いことが要求され、チタン合金材の適用に向いた分野である。このような稼働部品では疲労特性が優れることが必要である。しかしながら、上述の素粉末混合法により製造した焼結チタン合金では、焼結後に外部と連結した空隙があり、これはHIP処理では除去不可能であるため、HIP後の製品の表層部分には約200μmの深

2

さまで空隙が残留する。この表層の残留空隙は疲労亀裂の発生点となりやすく、製品の疲労特性を非常に低下させる。したがって疲労強度を重視する部材に適用するには、表面近傍の空隙を除去、もしくは無害化することが必須である。さらに粉末冶金法はコストダウンが特徴であるプロセスであることを考慮すれば、表層空隙の除去もしくは無害化の方法も安価であることが望ましい。

【0004】まず表層の残留空隙の除去の方法として第1に製品表層部の機械切削加工が考えられる。Near Net Shape加工を特徴とする焼結チタン合金は複雑な3次元形状を持っていることが多いため、機械加工には高価な機械や複雑な工程が必要となり多大なコスト負担となること、製品全面を切削加工する必要があるため、切削に多大な時間がかかること、またこの他にもチタン合金自身が機械切削が困難であること、などの理由で望ましい表面加工法とはいえない。次に通常溶製材の表面スケールの除去方法である酸洗処理が挙げられるが、表層に空隙を含む材料では、空隙内で酸洗液が濃化し、選択的に空隙が溶かされ空隙を助長する結果となる。また酸洗液の処理などの問題もある。

【0005】一方、表面加工の技術の一つにショットピーニング法がある。このショットピーニング法は、鋼球などの硬質の粒子を被加工物表面に衝突させ、表層近傍を微小に塑性変形し、圧縮残留応力や加工硬化を与え疲労寿命を高める方法で、ランニングコストが安く、複雑な形状に対しても若干の改良で均一な加工が可能な技術である。従来より、バネ材や線材の疲労寿命を向上させる目的でショットピーニング加工を施すことが行われ、チタン合金材では航空機部品の特殊用途材の最終表面仕上げ加工処理として利用されている。

【0006】しかし、従来は粉末冶金材へのショットピーニング処理の適用はあまり普及していない。これは製品内部に空隙を含む材料に従来の鋼球を使用したショットピーニング加工を行った場合、表層近傍50~100μmの深さのみが圧縮変形し加工硬化され、圧縮硬化層の下には依然として空隙が残留すること、圧縮層の内部にも潰された空隙が切り欠き状の欠陥として残留すること、またショットピーニング処理が製品表面に局所的な応力を発生させる処理があるので、研掃材が当たった表面の直下に空隙がある場合、空隙よりクラックが発生すること、などの理由により、粉末冶金材へのショットピーニング処理は、疲労強度を低下させる場合が多い。チタン合金の疲労強度は表面性状に大きく影響され、このような表層欠陥の残留は特に好ましくないと考えられる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、HIP法により緻密化処理を行った焼結チタン合金製品において、クラックなどの新たな欠陥を発生させることなく残留する表層空隙を完全に除去する安価な表面処理方法を提供

し、チタン合金の本来有する優れた疲労特性を発揮させることを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するための本発明は、(1)焼結チタン合金の表面を改質する方法において、焼結チタン合金をHIP処理を施した後、2回のショットピーニング処理を施すことを特徴とし、(2)焼結チタン合金の表面を改質する方法において、上記(1)に記載のショットピーニング処理において、1回目の処理が平均粒径で0.5mm以上、1.2mm以下の大きさで、なおかつ被加工物であるチタン合金の硬さに対しヴィッカース硬さで200を加えた値以上の硬さを持つグリット形状の研掃材を使用し、投射速度を60m/s以上、100m/s以下とし、投射量を2000kg/m²以上であることを特徴とし、(3)焼結チタン合金の表面を改質する方法において、上記(1)に記載のショットピーニング処理において、2回目の処理が平均粒径で0.2mm以上、0.6mm以下の大きさで、なおかつ被加工物であるチタン合金の硬さ以上、かつチタン合金に対しヴィッカース硬さで300を加えた値以下の硬さを持つ球形の研掃材を使用し、投射速度を30m/s以上、60m/s以下とし、投射量を1000kg/m²以上であることを特徴とする。

【0009】本発明において、焼結チタン合金とは、TiにAl, V, Mo, Cr, Sn, Zr, Feやこれら以外の合金成分と0.7重量%未満のFe, O, C, N, Hの不純物を含み、なおかつ95%以上の相対密度を有する粉末冶金法により製造されたチタン合金であり、例えばTi-6Al-4V合金や、Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al合金などの合金が挙げられる。

【0010】

【作用】以下、本発明を詳細に説明する。本発明者等は、焼結チタン合金の製造、利用に関して研究を重ねた結果、HIP処理を行った焼結チタン合金に対して、まず製品表層部分の研削もしくは磨耗を目的とした条件でのショットピーニング処理を行い、製品表面から200μm程度までに含まれる空隙を除去し、その後1回目のショットピーニング処理で荒らされた製品表面を平坦化し、なおかつ表面への圧縮残留応力の付加や加工硬化を起こさせるなどにより疲労寿命を高めることを目的とした条件で2回目のショットピーニング処理を行うことにより、クラックや圧縮された空隙などの欠陥を発生させることなく、表層近傍の内部空隙を除去し、製品の疲労特性を向上し得ることを見出した。本発明はこれら新規知見に基づいてなされたものである。

【0011】本発明において、焼結チタン合金に対して上記2回のショットピーニング処理を行う理由は以下の通りである。第1に、HIP処理を行った焼結チタン合金は、従来技術で述べたように、表層下200μmの範囲に空隙を含み、この空隙が従来のショットピーニング

処理においてはクラックなどの欠陥の発生原因となるため、まずこれを除去することが必要である。このため、始めに製品の表層部分の研削を目的としたショットピーニング処理を行い表層部分の空隙を除去する。第2に、研削ショットピーニング処理を行った製品表面は、表層部分が研掃材により荒らされ非常に大きな凹凸が残留し、この凹凸も疲労破壊の起点となり易く、製品の外観上も望ましい状態でない。またショットピーニング処理本来の効果である、残留応力付加や表面加工硬化などはほとんど発生しない。これを補うべく2回目のショットピーニング処理により、表面を平坦化し表面粗さを良好にし、なおかつ残留応力を付与し、疲労特性を向上させる。

【0012】本発明者は、1回目および2回目の研掃材の特性およびショットピーニング条件と表面粗さ、研削量、疲労強度の関係を種々検討して以下の結論を得た。まず、本発明の研削目的とする1回目のショットピーニング処理においては、研掃材の形状は研削効果の高いグリット形状のものが望ましい。研掃材の平均粒径を0.5mm以上、1.2mm以下とするのは、平均粒径が0.5mmに満たない研掃材では、研掃材当たりの研削範囲が小さく、時間当たりの研削効果が十分でないためであり、平均粒径が1.2mmを超える研掃材では、研削後の表面の凹凸が激しく、2回目の平坦化のためのショットピーニング処理では粗さの改善が非常に困難となることや、通常使用される投射装置では装置への負担が大きいことで、実際的な処理でないためである。研掃材の硬さを被加工物の硬さにヴィッカース硬さで200を加えた値以上としたのは、これに満たない硬さでは表層研削の効果が弱いか、もしくは効果が生じないからである。

【0013】研掃材の投射速度は60m/s以上、100m/s以下とすることが望ましい。60m/sより遅い投射速度では研削の効果が十分でなく、100m/sより速い速度ではショットピーニング処理後の表面の凹凸が非常に激しくなり、2回目のショットピーニング処理を行っても、製品表面の粗さを回復できなくなるためである。研掃材の投射量は2000kg/m²以上とする。これは研掃材の投射量が2000kg/m²に満たない場合は研削量は200μmに到達せず、表層下に空隙が残留し、疲労強度の回復はできないからである。

【0014】次いで、本発明の表面平坦化、残留応力付与を目的とする2回目のショットピーニング処理においては、研掃材は球形のものが望ましい。研掃材の粒径を0.2mm以上、0.6mm以下とする理由は、粒径が0.2mmに満たない場合は、表面が平坦化する以前に加工硬化が進むため、製品表面の凹凸を十分に回復できず、また粒径が0.6mmを超える場合は、圧痕の大きさが必要以上のものとなり、表面粗さを逆に悪化させるためである。研掃材の硬さをチタン合金の硬さ以上としたのは、被加工物の硬度に満たない硬さの場合は、残留応力付与

5

というショットピーニングの効果が現れないからであり、上限値を被加工物に対しヴィッカース硬さで300を加えた値としたのは、これを超える硬さでは、表層を研削する効果が高くなるためである。研掃材の投射速度を30m/s以上、60m/s以下としたのは、30m/s未満の投射速度では、研掃材の投射時に付与される運動エネルギーが小さく、製品表面に十分な塑性変形を与えることができず、60m/sを超える投射速度では研掃材のエネルギーが大きすぎ、製品表層にクラックなどの欠陥を与え疲労強度を逆に低下させるためである。研掃材の投射量を1000kg/m²以上としたのは、1000kg/m²に満たない場合、製品の表面全体に研掃材が当たる確率が低く、均一なショット処理ができないためである。

【0015】

【実施例】焼結チタン合金に本発明を適用した場合に基づいて、本発明の内容をさらに詳しく説明する。合金成分がTi-6Al-4Vとなるように調整した混合粉末

6

をHIP処理を行った後に平行部が10mmφの径の疲労試験片となるように圧粉成形し、この粉末成形体を真空度10⁻⁴Torr、1250℃で焼結処理後、900℃、100MPaの条件でHIP処理を行った。各種条件でショットピーニング処理を行った試験片について、表層の研削量および表面粗さの測定と疲労試験を行った。試験片の硬度は350HVであり、疲労試験条件は、軸力、応力比-1、f=20Hz、大気中、室温である。これらの試験結果を表1および表2に示す。

10 【0016】表1は研削目的の1回目のショットピーニング処理条件を変化した試験結果である。表1中では2回目の表面の平坦化を目的としたショットピーニング条件は、研掃材の粒径を0.5mmφ、硬度を450HVとした球形の鋼球を使用し、投射速度40m/s、投射量1500kg/m²一定とした、本発明の範囲の条件である。

【0017】

【表1】

焼結チタン合金におけるショットピーニング試験結果

試験 番号	ショットピーニング処理条件										表面粗さ Ra (μm)	疲労限 (MPa)	備 考	
	1 回 目					2 回 目								
	形状	硬度 (Hv)	粒径 (mm)	投射 速度 (m/s)	投射量 (kg/m^2)	形状	硬度 (Hv)	粒径 (mm)	投射 速度 (m/s)	投射量 (kg/m^2)				
1	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8.0	140	従来法	ショットピーニング 無
2	球 形	600	0.6	70	2500	—	—	—	—	—	2.0	150	従来法	従来法ショットピーニング
3	グリット	700	0.7	70	2500	球形	450	0.5	40	1500	2.5	300	実施例	
4	グリット	560	0.7	70	2500			同	上		2.4	310	実施例	
5	グリット	700	0.6	70	2500			同	上		2.3	315	実施例	
6	グリット	700	0.7	55	2500			同	上		2.7	320	実施例	
7	グリット	700	0.7	90	2500			同	上		2.5	290	実施例	
8	グリット	450	0.7	70	4000			同	上		2.8	160	比較例	研削材硬度 過小
9	グリット	700	0.3	70	4000			同	上		2.2	170	比較例	研削材粒径 過小
10	グリット	700	0.7	40	2500			同	上		2.6	165	比較例	投射速度 過小
11	グリット	700	0.7	120	2500			同	上		5.2	220	比較例	投射速度 過大
12	グリット	700	0.7	70	1000			同	上		2.5	170	比較例	投射量 過少

【0018】試験番号1は、HIP処理後に疲労試験を行った場合で従来法に相当する。表面粗さは $Ra = 8.0 \mu\text{m}$ で疲労限は140MPaである。試験番号2は、従来のショットピーニング処理を行った場合で、表面粗さは $Ra = 2.0 \mu\text{m}$ と表面状態は改善されるが、表層下での空隙の残留や、表層部のクラックや空隙の潰れた後の発生のため疲労限は150MPa程度にしか上昇しない。

【0019】試験番号3、4、5、6、7は、本発明の

請求範囲で1回目のショットピーニング処理の条件を変化させた場合で本発明の実施例である。条件により表面粗度および疲労強度は若干の違いがあるが、従来法の疲労強度が150MPaであるのに対し約300MPaと2倍に上昇している。これは研削目的のショットピーニング処理で表層欠陥が完全にでき、さらに平坦化、表面加工硬化の効果が十分に発揮された結果である。

【0020】一方、本発明の比較例である試験番号8では、表1に示すように表面粗さは $2.8 \mu\text{m}$ と良好であ

るものの疲労強度は160MPaと従来材とほとんど変化がない。この理由は、本発明の範囲の研掃材硬度の下限値の被処理物Ti-6Al-4Vの硬度+200である550Hv未満の400Hvであるため、研削が十分でなく表層空隙が残留したからである。試験番号9は、本発明の請求範囲の研掃材の平均粒径の下限である0.5mmに満たないため、表層空隙が残留し疲労強度は低下する結果となった。試験番号10は、本発明の請求範囲の*

*投射速度の下限値である60m/s未満であり、また試験番号11は本発明の請求範囲の投射量の下限値である2000kg/m²未満であるため、研削量が十分でなく、表層空隙が残留し、疲労強度が低下する結果となっている。

【0021】

【表2】

焼結チタン合金におけるショットピーニング処理結果

試験番号	ショットピーニング処理条件										表面粗さ R a (μm)	疲労限 (MPa)	備考	
	1 回 目					2 回 目								
	形状	硬度 (Hv)	粒径 (mm)	投射 速度 (m/s)	投射量 (kg/m^2)	形状	硬度 (Hv)	粒径 (mm)	投射 速度 (m/s)	投射量 (kg/m^2)				
13	グリット	650	0.8	65	3000	—	—	—	—	—	8.2	210	比較例	表面平坦化処理無
14		同	上			球形	550	0.4	35	1200	2.3	320	実施例	
15		同	上			球形	350	0.6	55	2000	2.4	310	実施例	
16		同	上			球形	200	0.5	40	1500	6.5	220	比較例	研掃材硬度 小
17		同	上			球形	700	0.5	40	1500	6.9	230	比較例	研掃材硬度 大
18		同	上			球形	400	0.1	40	1500	6.7	225	比較例	研掃材粒径 小
19		同	上			球形	400	0.8	40	1500	8.5	190	比較例	研掃材粒径 大
20		同	上			球形	400	0.5	20	1500	5.4	210	比較例	投射速度 遅い
21		同	上			球形	400	0.5	70	1500	5.7	230	比較例	投射速度 遅い
22		同	上			球形	400	0.5	40	500	6.7	240	比較例	投射量 少

【0022】表2は表面の平坦化を目的とした2回目の 50 ショットピーニング処理を変化した試験結果である。1

11

回目の表層の研削を目的としたショットピーニング条件は、粒径を $0.8\text{mm}\phi$ 、硬度を 650Hv としたグリット形状の研掃材を使用し、投射速度 65m/s 、投射量 3000kg/m^2 一定とした、本発明の請求範囲内の処理である。表2中の試験番号14、15は、表層研削目的のショットピーニング処理を行った後、本発明の請求範囲で平坦化を目的とした2回目のショットピーニング処理の条件を変化させた場合で本発明の実施例に当たる。本実施例では2回目のショットピーニング処理の効果が十分であり、表面が平坦化して表面粗さは $2.3\mu\text{m}$ となり、疲労強度は 300MPa と従来法と比べて約2倍以上に向上する。

【0023】試験番号13は、2回目の平坦化を目的としたショットピーニング処理を省略した試験である。この場合、表層近傍の空隙を除去した効果により疲労強度は、HIP処理まま材の 140MPa から 200MPa まで上昇しているが、表面粗さは $8.2\mu\text{m}$ とHIP処理まま材とほぼ同等であり、2回目のショットピーニング処理をした材料の特性には及ばない。試験番号16～22は本発明の比較例である。試験番号16は研掃材の硬度が不足し、試験番号18は研掃材の粒径が小さく、試験

12

番号20は投射速度の不足、試験番号22は投射量が不十分とそれぞれの理由で、2回目のショットピーニング処理の効果が不十分となり、表面粗さが $5.7\sim 6.9\mu\text{m}$ と改善されておらず、疲労強度が上昇しない結果となっている。試験番号17は本発明の請求範囲の硬度以上の研掃材を使用したため、表層を研削する効果が高くなり、表面を荒らすもしくは表層にクラックなどを発生させる原因と、十分なショットピーニングの効果が得られないため、疲労強度は本発明の実施例まで上昇しない結果となっている。また試験番号19は研掃材粒径が大きすぎ、試験番号21は投射速度が速すぎるため、平坦化目的の2回目のショットピーニング処理が、表面を荒らし、表層にクラックを発生させる原因となり、疲労強度を低下させる結果となっている。

【0024】

【発明の効果】以上説明したように、本発明を適用することにより、焼結チタン合金製品において、安価な表面処理方法によりクラックなどの新たな欠陥を発生させることなく残留する表層空隙を完全に除去し、チタン合金の本来有する優れた疲労特性を発揮させることができる。